

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift
10 DE 41 17 628 A 1

21 Aktenzeichen: P 41 17 628.6
22 Anmeldetag: 29. 5. 91
43 Offenlegungstag: 17. 12. 92

51 Int. Cl. 5:
C 08 L 3/04
C 08 J 3/215
C 08 J 3/18
C 08 K 5/05
C 08 K 5/06
C 08 K 5/10
C 08 K 5/21
B 29 C 47/50
// C 08 B 31/00, B 01 F
17/34, 17/42, C 08 J
5/00, 5/18

DE 41 17 628 A 1

AJ
#5

71 Anmelder:
Ems-Inventa AG, Zürich, CH

74 Vertreter:
Deufel, P., Dipl.-Wirtsch.-Ing. Dr. rer. nat.; Hertel, W.,
Dipl.-Phys., Pat.-Anwälte, 8000 München

72 Erfinder:
Bühler, Fritz, Dipl.-Chem. Dr., Thusis, CH; Casanova,
Josef, Bonaduz, CH; Ernst, Hansjörg, Domat/Ems,
CH; Schultze, Hans-Joachim, Dr. rer. nat., Chur, CH

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Stärkeschmelze sowie nach diesem Verfahren erhältliche Produkte

57 Die Erfindung beschreibt ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung einer homogenen, niedrigviskosen, thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze aus chemisch modifizierter Stärke, Weichmachern, Emulgator und dem speziellen Additiv Harnstoff, wobei das Verfahren folgende Schritte umfaßt: a) Eindosieren einer chemisch modifizierten Stärke in den Einzugsbereich eines Extruders und deren Förderung, b) Zudosieren einer vorhomogenisierten, flüssigen und wasserfreien Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung, deren Vermischung mit der Stärke bei gleichzeitiger Förderung der Stärke-Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung, c) Aufschließen der Stärkekörner ohne Beimischung von Fremdwasser und vollständige Plastifizierung der genannten Mischung zu einer homogenen, thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze und deren Förderung, d) Entgasen der Schmelze und deren weitere Förderung, e) Auspressen der Schmelze durch eine Düse, wobei in den Schritten b) bis e) die genannte Mischung bzw. Schmelze erhöhten Temperaturen von 100°C bis 170°C, insbesondere von 120°C bis 150°C und in Schritt d) einem von $-2,5 \times 10^4$ Pa bis -6×10^4 Pa, insbesondere von -4×10^4 Pa und in Schritt e) einen erhöhten Druck von 2×10^5 Pa bis 1×10^7 Pa, insbesondere 3×10^5 Pa bis 6×10^5 Pa, ausgesetzt wird. Die nach diesem Verfahren erhältliche Stärkeschmelze hat eine Schmelzviskosität von 500 bis 30000 Pa.s bei 160°C und 234,6 N und wird zur Herstellung von geformten Teilen jeglicher Art verwendet.



DE 41 17 628 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer homogenen, niedrigviskosen, thermoplastisch verarbeitbaren Stärkeschmelze aus chemisch modifizierter Stärke durch Umsetzung ihrer OH-Gruppen mit Harnstoff, Alkylenoxiden sowie anderen Ether-, Ester-, Urethan-, Karbonat- oder Isocyanatbildenden Stoffen, sowie unter Verwendung eines Weichmachers und/oder weiteren Additiven. Die Erfindung betrifft ferner eine Vorrichtung zum Durchführen dieses Verfahrens sowie eine homogene, niedrigviskose, thermoplastisch verarbeitbare Stärkeschmelze, die nach diesem Verfahren erhältlich ist.

Insbesondere betrifft die Erfindung eine Stärkeschmelze aus chemisch modifizierter Stärke mit einer Schmelzviskosität von 500 bis 30 000 Pa·s, gemessen bei 160°C und 236,4 N in einem Göttfert-Schmelzdurchflußviskosimeter und daraus hergestellte thermoplastisch geformte Teile, wie Granulate, Filme und Folien, Hohlkörper oder Lamine.

Da Stärke ein pflanzliches Kohlenhydrat ist, gibt es Bestrebungen, Polymere, worunter sie fällt, als sogenannten natürlichen Kunststoff auf den verschiedensten Gebieten unter Einsatz der bekannten Kunststoffverarbeitungstechniken zur Anwendung zu bringen. Aufgrund ihrer körnigen Struktur müssen native Stärken aber erst aufgeschlossen werden, bevor sie thermoplastisch verarbeitbar sind.

Die US-PS 46 73 438 beschreibt ein sechsstufiges Spritzgußverfahren zur Herstellung eines geformten Gegenstandes aus einer Stärke-Wasser-Zusammensetzung mit einem Wassergehalt von 5–30 Gew.-%. Nachteil des hohen Wassergehaltes ist, daß eine besondere Vorrichtung notwendig ist, damit das Plastifizierungsmittel Wasser bei den hohen Verarbeitungstemperaturen nicht in Form von Dampf entweicht.

Die WO-OS 90/05 161 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von thermoplastisch verarbeitbarer Stärke, wobei die dortige Erniedrigung der Schmelztemperatur der Stärke bzw. der Stärkederivate durch Zugabe von mindestens 5 bis 35 Gew.-% von Zuschlagstoffen mit einem definierten Löslichkeitsparameter erreicht wird.

Die WO-OS 90 14 938 zeigt ein Verfahren zur Herstellung eines Formteils aus einem hochamylosehaltigen Stärkematerial mit genügend Wasser mit dem Verfahrensschritt der Entgasung.

Der Nachteil von beiden oben genannten WO-Offenlegungsschriften ist, daß bei Anwendung der in der Kunststoffindustrie üblichen Verfahren, bei denen die Additive, wie z. B. Weichmacher, im festen Zustand nach der Einzugszone in die Polymerschmelze zudosiert werden, zu Inhomogenitäten in der Stärkeschmelze und dem daraus hergestellten Granulat führt. Dadurch wird der weitere Verarbeitungsprozeß, z. B. infolge Strangbrüche, gestört. Auch ist die Herstellung einer homogenen, thermoplastisch verarbeitbaren Stärkeschmelze mit in der Kunststoffindustrie üblichen, für die Verarbeitung von Polymeren ausgelegten Vorrichtungen nicht möglich. Hierzu fehlt im Stand der Technik die notwendige Lehre.

Außerdem hat sich die in der Kunststoffindustrie übliche Methode, die Schmelzviskosität über den Weichmachergehalt zu steuern, als untauglich erwiesen, da die notwendigen großen Mengen an Weichmacher für eine niedrigviskose Stärkeschmelze zugleich die Schmelzestabilität derart verringern, daß der Schmelzestrom abreißt, was besonders nachteilig bei der Folienherstellung ist.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein Verfahren zur Herstellung einer homogenen, thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze aus chemisch modifizierter Stärke, Weichmacher und weiteren Additiven zur Verfügung zu stellen, wobei kein Fremdwasserzusatz erforderlich ist und ein störungsfreier Verarbeitungsprozeß gewährleistet wird. Weiterhin soll eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens bereitgestellt werden. Schließlich soll durch dieses Verfahren eine niedrigviskose Stärkeschmelze mit hoher Schmelzstabilität geliefert werden, woraus dann geformte Teile, insbesondere Stärkefolien, hergestellt werden können, die schnell erstarren, eine minimale Versprödung und eine geringe Wasseraufnahme zeigen.

Diese Aufgabe wird durch die kennzeichnenden Merkmale der Ansprüche 1, 2 und 21 bzw. 28 gelöst.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß eine niedrigviskose Stärkeschmelze mit hoher Schmelzestabilität herstellbar ist, wenn der Weichmachergehalt reduziert wird und bestimmte Emulgatoren und Additive zugesetzt werden.

Wird z. B. als weiteres Additiv das Emulgierhilfsmittel Harnstoff eingesetzt, so wird zwar die Fließfähigkeit, aber nicht die Zähigkeit herabgesetzt. Eine solche Stärkeschmelze ist besonders für die Flach- und Blasfolienherstellung geeignet.

Weiterhin wurde überraschend gefunden, daß das Aufschließen der Stärkekörner auf kleinstem Raum erzielt werden kann, wenn die Knetelemente zu einer geschlossenen Knetkammer angeordnet werden, die eine intensive Bearbeitung der Stärke ermöglicht, wobei diese Knetkammer erst nach einer gewissen Förderstrecke nach Zugabe der flüssigen Komponenten-Mischung angeordnet ist. Dies unterscheidet sich erheblich von der Anordnung der Knetzonen gemäß dem vorgenannten Stand der Technik, in der bereits vor der Additiv-Zugabevorrichtung eine Knetzone eingebaut und unmittelbar dahinter mehrere getrennte Knetzonen angeordnet sind.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung einer homogenen thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze aus chemisch modifizierter Stärke umfaßt folgende Verfahrensschritte:

- a) Eindosieren einer chemisch modifizierten Stärke in den Einzugsbereich eines Extruders und deren Förderung,
- b) Zudosieren einer vorhomogenisierten, flüssigen und wasserfreien Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung, deren Vermischung mit der Stärke bei gleichzeitiger Förderung der Stärke-Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung,
- c) Aufschließen der Stärkekörner ohne Beimischung von Fremdwasser und vollständige Plastifizierung der genannten Mischung zu einer homogenen, thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze und deren Förderung,
- d) Entgasen der Schmelze und deren weitere Förderung,
- e) Auspressen der Schmelze durch eine Düse.

wobei in den Schritten b) bis e) die genannte Mischung bzw. Schmelze hinreichend erhöhten Temperaturen, im Schritt d) einem verminderten Druck, und in Schritt e) einem erhöhten Druck ausgesetzt wird bzw. die folgenden Verfahrensschritte

- a) Separates Eindosieren einer chemisch modifizierten Stärke und eines Weichmachers in den Einzugsbereich eines Extruders, deren Vermischung und Förderung,
- b) Zudosieren einer vorhomogenisierten, flüssigen und wasserfreien Emulgator-Additiv-Mischung, deren Vermischung mit der Stärke-Weichmacher-Mischung bei gleichzeitiger Förderung der Stärke-Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung,
- c) Aufschließen der Stärkekörner ohne Bemischung von Fremdwasser und vollständige Plastifizierung der genannten Mischung zu einer homogenen, thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze und deren Förderung,
- d) Entgasen der Schmelze und deren weitere Förderung,
- e) Auspressen der Schmelze durch eine Düse.

wobei in den Schritten b) bis e) die genannte Mischung bzw. Schmelze hinreichend erhöhten Temperaturen, im Schritt d) einen verminderten Druck und in Schritt e) einem erhöhten Druck ausgesetzt wird.

In einer bevorzugten Ausführung des Verfahrens wird in Schritt a) ein fester Weichmacher, bevorzugt mit einem Schmelzpunkt $> 90^{\circ}\text{C}$, separat mit einer chemisch modifizierten Stärke in den Einzugsbereich eines Extruders und in Schritt b) ein zweiter Weichmacher, bevorzugt mit einem Schmelzpunkt $< 90^{\circ}\text{C}$, gelöst in der flüssigen und wasserfreien Emulgator-Additiv-Mischung ein- bzw. zudosiert.

Die erfindungsgemäß verwendete chemisch modifizierte Stärke wurde durch Umsetzung ihrer OH-Gruppen mit Harnstoff, Alkylenoxiden sowie anderen Ether-, Ester-, Urethan-, Carbonat- oder Isocyanat-bildenden Stoffen hergestellt. Bevorzugt sind Hydroxyalkyl-, Acetyl- oder Carbonatstärken oder deren Mischungen. Die erfindungsgemäß eingesetzte, chemisch modifizierte Stärke weist einen natürlichen Wassergehalt von etwa 5 bis 16 Gew.-% auf. Besonders bevorzugt ist ein Wassergehalt von 8 bis 12 Gew.-%. Der Substitutionsgrad der chemisch modifizierten Stärke beträgt 0,05 bis 3,0, bevorzugt 0,05 bis 0,2.

Der Amylosegehalt der eingesetzten chemisch modifizierten Stärke liegt bei 20 bis 100 Gew.-%, bevorzugt bei 50 bis 100 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 65 bis 100 Gew.-%.

Der Weichmacher ist eine organische Verbindung mit mindestens einer Hydroxylgruppe, bevorzugt Polyol, besonders bevorzugt Sorbitol, Mannitol, D-Glykose, Glycerol, Polyethylenglykol, Ethylenglykol, Propylenglykol oder deren Mischung. Er wird in Mengen von 4,8 bis 39,8 Gew.-Teilen, bevorzugt 9,8 bis 39,8 Gew.-Teilen, besonders bevorzugt 25 bis 30 Gew.-Teilen eingesetzt.

Erfindungsgemäß wird das Additiv, welches bevorzugt Harnstoff ist, mit dem Emulgator, welcher einen Hydrophil-Lipophil-Balance-Wert (HLB-Wert) von 0 bis 20, bevorzugt von 10 bis 20, besitzt, bevorzugt bei 60°C vorhomogenisiert. Als Emulgatoren eignen sich erfindungsgemäß Metallstearate, Glycerolmonostearat, Polyoxyethylen(20)-Sorbitanmonolaurat, Polyoxyethylen(20)-Sorbitanmonopalmitat, Polyoxyethylen(40)-Stearat, Polyoxyethylen(100)-Stearat oder deren Mischung.

Die eingesetzten Emulgatormengen betragen 0,1 bis 2 Gew.-Teile, bevorzugt 0,1 bis 1 Gew.-Teile, besonders bevorzugt 0,2 Gew.-Teile.

Vom Emulgierhilfsmittel Harnstoff werden 0,1 bis 5 Gew.-Teile, bevorzugt 0,1 bis 2 Gew.-Teile, besonders bevorzugt 2 Gew.-Teile eingesetzt. Aber auch andere dem Stand der Technik entsprechende, für thermoplastische Werkstoffe übliche Additive können in Mengen von 0 bis 5 Gew.-% zugesetzt werden.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird die Stärke-Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung bzw. ihre Schmelze erhöhten Temperaturen von etwa 100°C bis etwa 170°C , bevorzugt 120°C bis 150°C , in Schritt d) einem verminderten Druck von etwa $-2,5 \times 10^4$ Pa bis etwa -6×10^4 Pa ($-0,25$ bis $-0,6$ bar), bevorzugt -4×10^4 Pa ($-0,4$ bar), in Schritt e) einem erhöhten Druck von etwa 2×10^6 Pa bis etwa 1×10^7 Pa (20 bis 100 bar), bevorzugt (30 bis 60 bar), ausgesetzt.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren wird eine homogene, niedrigviskose, thermoplastisch verarbeitbare Stärkeschmelze mit einer Schmelzviskosität von 500 bis 30 000 Pa·s, bevorzugt 100 bis 20 000 Pa·s, bei 160°C und 236,4 N, erhalten. Für besonders bevorzugte Anwendungen besitzt sie Schmelzviskositäten von 2000 bis 10 000 Pa·s ($160^{\circ}\text{C}/236,4$ N).

Eine erfindungsgemäße Vorrichtung zum Durchführen des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung einer homogenen, thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze aus chemisch modifizierter Stärke, Weichmacher, Emulgator und Additiv besteht aus einem Extruder mit mehreren Heizzonen, dessen Schnecke für die Verfahrensschritte a) und b) aus Förderelementen, für den Verfahrensschritt c) aus Knet- und Rückstaulementen und für die Verfahrensschritte d) und e) aus Förderelementen besteht. Weiterhin muß ein für die Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens geeigneter Extruder für den Verfahrensschritt a) mindestens eine Dosiervorrichtung für Feststoffe, für den Verfahrensschritt b) eine Flüssigkeits-Dosiervorrichtung für den Verfahrensschritt d) einen Entgasungsstutzen und für den Verfahrensschritt e) eine Düse besitzen. Durch eine solche Düse beliebiger Geometrie wird eine erfindungsgemäße Schmelze entweder in eine Spritzgußform oder im Falle der Extrusionstechnik ins Freie gepreßt, wo sie beliebig weiter verformt werden kann. Bevorzugter Extruder ist ein Doppelwellenextruder, der in besonders bevorzugter Weise gleichläufige, dichtkämmende Schnecken besitzt.

Erfindungswesentlich ist eine geschlossene, bevorzugt zweistufige, Knetkammer, die durch Rückstaulemente gebildet wird, und bevorzugt Knetelemente in Rechts- und Linksausführung besitzt.

Für die Einarbeitung von dem Stand der Technik entsprechenden Additiven kann die Schnecke vor dem Entgasungsschritt weitere Knetelemente in konventioneller Anordnung besitzen.

Die erfindungsgemäß erhaltene homogene Stärkeschmelze kann zu thermoplastisch geformten Teilen weiterverarbeitet werden. Bevorzugterweise wird hierzu aus der Schmelze zuerst ein Granulat hergestellt, welches

lagerstabil ist und zur Produktion von thermoplastisch geformten Teilen eingesetzt wird. Diese können durch Spritzgießen, Blasformen, Extrusion, Koextrusion oder Spritzprägen hergestellt werden. Besonders bevorzugt ist hierbei die Herstellung von Granulaten, Filmen und Folien, Hohlkörpern oder Laminaten.

Fig. 1 zeigt eine mögliche Ausbildungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung. Die Nummern (1) bis (6) kennzeichnen die Heizzonen eines beispielhaften Doppelwellenextruders (20), (7) kennzeichnet die Eingabeöffnung in den Einzugsbereich, die mit zwei Feststoffdosiervorrichtungen bestückt sein kann, (8) eine zweite Zugabeöffnung für die Flüssigkeitsdosiervorrichtung, (9) die Extruderöffnung für den Entgasungsstutzen, (10) eine beliebige Düse, (11a) und (11b) eine zweistufige Knetkammer, (12) bis (15) weitere, nichterfindungswesentliche Knetzonen zur eventuellen Einarbeitung von dem Stand der Technik entsprechenden Additiven.

Fig. 2 zeigt zum Vergleich einen üblichen Doppelwellenextruder mit einer Schneckengeometrie gemäß dem Stand der Technik. Die Nummern (1) bis (6) kennzeichnen auch hier die Heizzonen des Extruders, (7) die Eingabeöffnung im Einzugsbereich, (8) eine zweite Zugabeöffnung, in der in der Kunststoffindustrie üblichen Weise die Additive zudosiert werden, (9) die Extruderöffnung für den Entgasungsstutzen, (10) eine beliebige Düse und (15) bis (16) verschiedene Knetzonen.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird unter Benutzung der erfindungsgemäßen Vorrichtung mindestens eine chemisch modifizierte Stärke über eine Feststoffdosiervorrichtung in den Einzugsbereich eines Extruders am Anfang der ersten Extruderheizzone eindosiert und mittels den Förderelementen der Schnecke in die zweite Heizzone des Extruders gefördert. Gleich am Anfang dieser zweiten Heizzone wird über eine Flüssigkeitsdosiervorrichtung eine vorhomogenisierte, flüssige und wasserfreie Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung zudosiert. Wird ein Weichmacher verwendet, der sich infolge seines hohen Schmelzpunktes nicht in die bei 60°C vorhomogenisierte, flüssige und wasserfreie Emulgator-Additiv-Mischung verflüssigt lösen läßt, so kann dieser alternativ neben der Stärke separat als Feststoff über eine zweite Feststoffdosiervorrichtung in den Einzugsbereich des Extruders eindosiert und mit der chemisch modifizierten Stärke zusammen in die zweite Heizzone gefördert werden, in der dann eine vorhomogenisierte, flüssige und wasserfreie Emulgator-Additiv-Mischung zudosiert wird. Selbstverständlich ist bei der kombinierten Verwendung von Weichmachern mit hohen und niedrigen Schmelzpunkten auch die Kombination beider Dosierarten möglich. Anschließend wird die chemisch modifizierte Stärke-Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung mittels den Förderelementen der Schnecke in die zwischen der zweiten und dritten Heizzone liegenden geschlossene Knetkammer gefördert. Diese Knetkammer wird durch Rückstaulemente begrenzt und ist bevorzugt zweistufig ausgebildet. In dieser Knetkammer erfolgt auf kleinem Raum die intensive mechanische Bearbeitung der genannten Mischung. Dadurch werden die Schnecken von den hohen Drehmomenten, die bei Vorrichtungen dem Stand der Technik entsprechend auftreten, entlastet.

Nach erfolgtem Aufschluß der Stärkekörner und vollständiger Plastifizierung wird die homogene Schmelze nach der Knetkammer mittels den Förderelementen der Schnecke zu der am Ende der vierten Heizzone liegenden Entgasungsöffnung gefördert und durch Anlegen eines verminderten Druckes entgast. Nach Durchlaufen der fünften Heizzone wird die homogene, thermoplastisch verarbeitbare Stärkeschmelze in der sechsten Heizzone durch eine geeignete Düse gepreßt, abgekühlt und granuliert oder geformt.

Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens sowie der erfindungsgemäßen Stärkeschmelze sind:

- die Möglichkeit der offenen Verfahrensweise ohne Beimischung von Fremdwasser
- die verbesserte Formstabilität und verminderte Schrumpfung der aus ihr hergestellten Produkte aufgrund ihrer hohen Erstarrungsgeschwindigkeit
- die guten mechanischen Eigenschaften, wie z. B. Flexibilität, da keine Versprödung eintritt
- die gute Lagerfähigkeit von z. B. hergestelltem Granulat aufgrund reduzierter Wasseraufnahme
- die hohe Schmelzstabilität bei niedrigen Schmelzviskositäten
- und damit die Möglichkeit eine niedrigviskose Stärkeschmelze zu erzielen, ohne daß die zur Herstellung von Folien notwendige Zähigkeit herabgesetzt wird.

Vorteile der erfindungsgemäßen Vorrichtung sind:

- Regulierungsmöglichkeit der Erstarrungsgeschwindigkeit der Stärkeschmelze über einem definierten Staudruck vor der Düse aufgrund des Entgasungsschrittes
- Wirtschaftliche Durchsätze, da keine Schneckenblockierung durch zu hohe Drehmomente auftritt
- Vollständige Aufschließung und Plastifizierung der Stärke auf kleinem Raum in einer geschlossenen Knetkammer.

Die folgenden Beispiele erläutern die Erfindung, ohne sie zu beschränken.

Der in den Beispielen genannte Wassergehalt wurde nach Karl-Fischer bestimmt und die Schmelzviskosität wurde bei 160°C und 236,4 N in einem Göttfert-Schmelzdurchflußviskosimeter gemessen. Zur Bestimmung der Schlagzähigkeit wurden aus dem Stärkegranulat Prüfkörper hergestellt und nach DIN 53 453 bei Raumtemperatur gemessen.

Beispiel 1

Extrudereinstelldaten

- a) Heizzonen:
(1) Raumtemperatur

- (2) 130°C
- (3) 130°C
- (4) 100°C
- (5) 100°C
- (6) 150°C

- b) Druck: Zone (6) $(30-40 \text{ bar}) 3 \times 10^6 - 4 \times 10^6 \text{ Pa}$
- c) Drehmoment: 70%
- d) Unterdruck: $(-0.4 \text{ bar}) - 4 \times 10^4 \text{ Pa}$.

In den Einzugsbereich (Heizzone 1) eines gleichlaufenden, dichtkämmden Doppelwellenextruders mit einer Schneckenengeometrie gemäß Fig. 1 und einem Schneckenlängen-Durchmesserverhältniss von 41 wurden 70 Gew.-% Hydroxypropyl-Maisstärke mit einem Substitutionsgrad von 0,06 und einem Amylosegehalt von 50 Gew.-% und 12,8 Gew.-% Sorbitol an der Stelle 7 von Fig. 1 separat eindosiert, im Extruder gleichzeitig vermischt und gefördert. 0,2 Gew.-% Magnesiumstearat wurden mit 2 Gew.-% Harnstoff bei 60°C in 15 Gew.-% Glycerol gelöst. Diese vorhomogenisierte Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung wurde an der Stelle 8 von Fig. 1 in den Extruder (Heizzone 2) eindosiert, dann im Extruder gleichzeitig vermischt und weitergefördert. Nach dem Aufschließen der Stärkekörner und vollständigem Plastifizieren der Stärkemischung in der Knetkammer 11 (Heizzone 2 und 3) zu einer homogenen Schmelze, wurde die Stärkeschmelze durch Anlegen eines Unterdrucks an der Stelle 9 von Fig. 1 (Heizzone 4) entgast. Nach Durchlaufen der Heizzone (5) wurde die homogene, thermoplastisch verarbeitbare Stärkeschmelze in Heizzone (6) durch eine Düse als Strang mit geringer Strangaufweitung (Düse: 3 mm, Strang: 4 mm) extrudiert, abgekühlt und granuliert. Das gelbstichige Granulat hatte einen Wassergehalt von 5-8 Gew.-% gegenüber einem Wassergehalt der eingesetzten Stärke von 9-12 Gew.-%. Die so hergestellte homogene, thermoplastisch verarbeitbare Stärkeschmelze besitzt eine Schmelzviskosität von 3000 Pa · s bei 160°C und 236,4 N und eignete sich z. B. zur Herstellung von Folien auf eine in der Kunststoffindustrie üblichen Anlage bei 100-200°C.

Beispiel 2

Extruder-Vorrichtung, Extrudereinstelldaten, Verfahren, Weichmacher, Emulgator und Additiv wie in Beispiel 1 unter Verwendung von Hydroxyethyl-Kartoffelamylose mit einem Substitutionsgrad von 0,1 (Amylosegehalt: 100 Gew.-%). Der austretende Extrusionsstrang zeigte keinerlei Strangaufweitung, das daraus hergestellte Granulat hatte einen Wassergehalt von 5-8 Gew.-% gegenüber dem Wassergehalt von 10 Gew.-% der eingesetzten Amylose.

Farbe: glasklar
Schmelzviskosität: 2000 Pa · s bei 160°C und 236,4 N
Schlagzähigkeit: ohne Bruch.

Beispiel 3

Extruder-Vorrichtung, Extrudereinstelldaten, Verfahren, Weichmacher, Emulgator und Additiv wie in Beispiel 1 unter Verwendung von Hydroxypropyl-Maisstärke mit einem Substitutionsgrad von 0,1 und einem Amylosegehalt von 70 Gew.-%. Der austretende Extrusionsstrang zeigte nur eine geringe Strangaufweitung (Düse: 3mm, Strang: 4 mm), das daraus hergestellte Granulat hatte einen Wassergehalt von 5-8 Gew.-% gegenüber dem Wassergehalt von 9-12 Gew.-% der eingesetzten Stärke.

Farbe: gelbstichig
Schmelzviskosität: 2500 Pa · s bei 160°C und 236,4 N
Schlagzähigkeit: ohne Bruch.

Beispiel 4

Extruder-Vorrichtung, Extrudereinstelldaten, Verfahren, Weichmacher, Emulgator und Additiv wie in Beispiel 1 unter Verwendung von 70 Gew.-% Hydroxypropyl-Maisstärke mit einem Substitutionsgrad von 0,1 und einem Amylosegehalt von 20 Gew.-%. Der austretende Extrusionsstrang quillt stark auf (Düse: 3 mm, Strang: 6 mm), das daraus hergestellte Granulat hatte einen Wassergehalt von 5-8 Gew.-% gegenüber dem Wassergehalt von 9-12 Gew.-% der eingesetzten Stärke.

Farbe: transparent
Schmelzviskosität: 6000 Pa · s bei 160°C und 236,4 N
Schlagzähigkeit: ohne Bruch.

Vergleichsbeispiel 1

Extrudereinstelldaten

- a) Heizzonen:
- (1) Raumtemperatur

(2) 120°C

(3) 100°C

(4) 100°C

(5) 120°C

(6) 120°C

b) Druck: Zone (6) (30–40 bar) 3×10^6 – 4×10^6 Pa

c) Drehmoment: 115% (Durchsatz 6 kg/h).

Es wurde ein gleichlaufender, dichtkämmernder Doppelwellenextruder mit 6 Heizzonen (ZSK-30 von Werner & Pfleiderer) mit einer in der Kunststoffindustrie üblichen Schneckenengeometrie gemäß Fig. 2 und einem Schneckenlängen-Durchmesser-Verhältnis von 41 verwendet. 69 Gew.-% native Kartoffelstärke, 15 Gew.-% Glycerol, 15 Gew.-% Wasser und 1 Gew.-% Magnesiumstearat werden in einem Intensivmischer vorgemischt und über eine Bandwaage an der Stelle 7 von Fig. 2 in den Einzugsbereich (Heizzone 1) des Extruders dosiert und dem Stand der Technik entsprechend extrudiert. Dabei erforderte die Stärkemasse so hohe Drehmomente, daß die Schnecken blockiert wurden. Der austretende Extrusionsstrang enthält nicht-plastifiziertes Stärkepulver und quillt an der Düse (Durchmesser: 3 mm) stark auf (Strangdurchmesser: 8 mm). Nach 24stündigem Abkühlen bricht ein extrudierter Stärkestrang beim Biegen infolge Versprödung.

Schmelzviskosität: nicht meßbar (160°C/236,4 N)

Schlagzähigkeit: nicht meßbar

Farbe: glasklar.

Vergleichsbeispiel 2

Extrudervorrichtung und Extrudereinstellaten wie in Vergleichsbeispiel 1, aber Drehmoment 80–90% (Durchsatz: 6 kg/h). Analog Vergleichsbeispiel 1, aber anstelle von Kartoffelstärke wurde Maisstärke mit einem Amylosegehalt von 70 Gew.-% eingesetzt. Der austretende Extrusionsstrang quillt auf (Düse: 3 mm, Strang: 6 mm) und enthält nicht-plastifiziertes Stärkepulver. Nach 24stündigem Abkühlen bricht ein extrudierter Stärkestrang beim Biegen infolge Versprödung.

Farbe: braun, trübe

Schmelzviskosität: nicht meßbar (160°C/236,4 N)

Schlagzähigkeit: nicht meßbar.

Vergleichsbeispiel 3

Extrudervorrichtung und Extrudereinstellaten wie in Vergleichsbeispiel 1, aber Drehmoment 100% (Durchsatz 6 kg/h).

70 Gew.-% Maisstärke mit einem Amylosegehalt von 70 Gew.-% wurde an der Stelle 7 von Fig. 2 in den Einzugsbereich (Heizzone 1) des Extruders eindosiert. Nach Durchlaufen einer ersten Knetzone (11) wurde über eine Flüssigkeits-Dosiervorrichtung an der Stelle 8 von Fig. 2 (Heizzone 2) 30 Gew.-% Glycerol zudosiert. In den beiden folgenden Knetzonen (12) und (13) (Heizzonen 2 und 3) wird der Weichmacher in die Stärke eingearbeitet. In einer weiteren Knetzone (14) (Heizzone 3) erfolgt der Aufschluß der Stärkekörner und die Plastifizierung. Die weiteren Knetzonen (15) und (16) (Heizzone 3 und 4) vor der Entgasung (Heizzone 4) ermöglichen die Einarbeitung von eventuell weiteren Additiven. Der austretende Extrusionsstrang war frei von Stärkepolvereinschlüssen und zeigt nur eine geringe Strangaufweitung (Düse: 3 mm, Strang: 4 mm). Der Strang blieb flexibel, es trat keine Versprödung auf. Das aus dem extrudierten Stärkestrang hergestellte Granulat hatte einen Wassergehalt von 5–7 Gew.-% gegenüber einem Wassergehalt von 10 Gew.-% der eingesetzten Maisstärke.

Farbe: trübe, gelbstichig

Schmelzviskosität: nicht meßbar (160°C/236,4 N)

Schlagzähigkeit: nicht meßbar.

Vergleichsbeispiel 4

Extrudervorrichtung und Extrudereinstellaten wie in Vergleichsbeispiel 3, aber Drehmoment 100% (Durchsatz 6 kg/h).

70 Gew.-% Maisstärke mit einem Amylosegehalt von 70 Gew.-% und 15 Gew.-% Sorbitol wurden an der Stelle 7 von Fig. 2 separat in den Einzugsbereich (Heizzone 1) des Extruders eindosiert. Nach Durchlaufen einer ersten Knetzone (11) wurde über eine Flüssigkeits-Dosiervorrichtung an der Stelle 8 von Fig. 2 15 Gew.-% Glycerol eindosiert. Weiteres Verfahren wie in Vergleichsbeispiel 3. Strangaufweitung und Flexibilität des extrudierten Stärkestranges wie in Vergleichsbeispiel 3. Das hergestellte Granulat besaß einen Wassergehalt von 6–8 Gew.-% gegenüber dem Wassergehalt der eingesetzten Maisstärke von 10 Gew.-%.

Farbe: trübe, gelbstichig

Schmelzviskosität: nicht meßbar (160°C/236,4 N)

Schlagzähigkeit: ohne Bruch.

Vergleichsbeispiel 5

Extrudervorrichtung, Extrudereinstelldaten und Verfahren wie in Vergleichsbeispiel 3, aber Drehmoment < 115% (Durchsatz 6 kg/h) und Einsatz von 80 Gew.-% Maisstärke mit einem Amylosegehalt von 70 Gew.-% und 20 Gew.-% Glycerol. Strangaufweitung und Flexibilität des extrudierten Stärkestranges wie in Vergleichsbeispiel 3. Die Stärkemasse erforderte jedoch so hohe Drehmomente, daß die Schnecken blockiert wurden. Strangaufweitung und Flexibilität des extrudierten Stärkestranges wie in Vergleichsbeispiel 3. Das hergestellte Granulat besaß einen Wassergehalt von 5–7 Gew.-% gegenüber dem Wassergehalt der eingesetzten Maisstärke von 10 Gew.-%.

Farbe: trübe, gelbstichig
 Schmelzviskosität: nicht meßbar (160°C/236,4 N)
 Schlagzähigkeit: ohne Bruch.

Vergleichsbeispiel 6

Extrudervorrichtung, Extrudereinstelldaten und Verfahren wie in Beispiel 1, aber ein Drehmoment von 50–70% (Durchsatz 8 kg/h) und Verwendung einer Maisstärke mit einem Amylosegehalt von 70 Gew.-% sowie 15 Gew.-% Sorbitol und 15 Gew.-% Glycerol als Weichmacher. Strangaufweitung und Flexibilität des extrudierten Stärkestranges wie in Vergleichsbeispiel 3. Das hergestellte Granulat besaß einen Wassergehalt von 5–8 Gew.-% gegenüber dem Wassergehalt der eingesetzten Maisstärke von 10 Gew.-%.

Farbe: gelbstichig, teilweise klar
 Schmelzviskosität: nicht meßbar (160°C/236,4 N)
 Schlagzähigkeit: ohne Bruch.

Vergleichsbeispiel 7

Analog Vergleichsbeispiel 6, aber Verwendung einer Maisstärke mit einem Amylosegehalt von 50 Gew.-%. Strangaufweitung und Flexibilität des extrudierten Stärkestranges wie in Vergleichsbeispiel 6. Das hergestellte Granulat besaß einen Wassergehalt von 5–8 Gew.-% gegenüber dem Wassergehalt der eingesetzten Maisstärke von 12 Gew.-%.

Farbe: gelbstichig, teilweise klar
 Schmelzviskosität: nicht meßbar (160°C/236,4 N)
 Schlagzähigkeit: 6,3 kJ/M².

Vergleichsbeispiel 8

Analog Vergleichsbeispiel 6, aber Verwendung einer Hydroxypropyl-Maisstärke mit einem Amylosegehalt von 50 Gew.-%: Strangaufweitung und Flexibilität des extrudierten Stärkederivatstranges wie Vergleichsbeispiel 6. Das hergestellte Granulat besaß einen Wassergehalt von 5–8 Gew.-% gegenüber dem Wassergehalt der eingesetzten Hydroxypropyl-Maisstärke von 10 Gew.-%.

Farbe: gelbstichig, teilweise klar
 Schmelzviskosität: 30 000 Pa · s (160°C/236,4 N)
 Schlagzähigkeit: ohne Bruch.

Vergleichsbeispiel 9

Analog Vergleichsbeispiel 8, aber mit einem Durchsatz von 8–9 kg/h und anstelle 15 Gew.-% Sorbitol nur 14,8 Gew.-% Sorbitol und 0,2 Gew.-% Glycerolmonostearat. Strangaufweitung und Flexibilität des extrudierten Stärkestranges wie in Vergleichsbeispiel 6. Das hergestellte Granulat besaß einen Wassergehalt von ca. 6 Gew.-% gegenüber dem Wassergehalt der eingesetzten Hydroxypropyl-Maisstärke von 10 Gew.-%.

Farbe: leicht gelbstichig, nahezu transparent
 Schmelzviskosität: 15 000 Pa · s (160°C/236,4 N)
 Schlagzähigkeit: ohne Bruch.

Vergleichsbeispiel 10

Herstellung einer Schmelze unter Verwendung des Extruders von Vergleichsbeispiel 1, aber den Extrudereinstelldaten und dem Verfahren sowie der chemisch modifizierten Stärke, Weichmacher, Emulgator und Additiv von Beispiel 1. Dabei erforderte die Stärkemasse so ohne Drehmomente, daß die Schnecken blockiert wurden. Die sehr dünnflüssige Schmelze eignete sich nicht zur Granulatherstellung.

Farbe: klar, gelbstichig
 Schmelzviskosität: 500 Pa · s bei 160°C und 236,4 N
 Schlagzähigkeit: nicht meßbar.

Vergleichsbeispiel 11

Herstellung einer Schmelze aus 60 Gew.-% Hydroxypropyl-Maisstärke mit einem Substitutionsgrad von 0,06 und einem Amylosegehalt von 50 Gew.-% und 40 Gew.-% Glycerol unter Verwendung des Extruders von Beispiel 1. Die sehr dünnflüssige Schmelze ist sehr klebrig und erstarrte nach dem Abkühlen nicht. Die Herstellung von Granulat war daher nicht möglich.

Farbe: klar, gelbstichig
 Schmelzviskosität: 2000 Pa · s bei 160°C und 236,4 N
 Schlagzähigkeit: nicht meßbar.

Vergleichsbeispiel 12

Extrudervorrichtung und Extrudereinstellaten wie in Vergleichsbeispiel 1, aber Drehmoment 100% (Durchsatz 6 kg/h). 12,8 Gew.-% Sorbitol, 0,2 Gew.-% Magnesiumstearat und 2 Gew.-% Harnstoff werden vorge-mischt, dann mit 70 Gew.-% Hydroxypropyl-Maisstärke mit einem Substitutionsgrad von 0,06 und einem Amylosegehalt von 50 Gew.-% an der Stelle 7 von Fig. 2 mit zwei separaten Dosierbandwaagen in den Einzugsbereich (Heizzone 1) eindosiert. Nach Durchlaufen einer ersten Knetzone (11) wurde über eine Flüssigkeits-Dosiervorrichtung an der Stelle 8 von Fig. 2 (Heizzone 2) 15 Gew.-% Glycerol zudosiert. Weiteres Verfahren wie in Vergleichsbeispiel 3.

Der so erhaltene Extrusionsstrang (konventionelle Dosierung mit konventioneller Vorrichtung) ist nur über kurze Bereiche flexibel und enthält zwischendurch immer wieder spröde Stellen. Das hieraus hergestellte Granulat (Wassergehalt 5–7 Gew.-% gegenüber dem Wassergehalt der eingesetzten Stärke von 9–12 Gew.-%) ist für eine thermoplastische Verarbeitung unbrauchbar.

Farbe: transparent, gelbstichig
 Schmelzviskosität: 2000 Pa · s bei 160°C und 236,4 N
 Schlagzähigkeit: —

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer homogenen, thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze aus chemisch modifizierter Stärke, Weichmacher und oder weiteren Additiven bei hinreichend erhöhten Temperaturen und Drücken, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren folgende Schritte umfaßt:

- a) Eindosieren einer chemisch modifizierten Stärke in den Einzugsbereich eines Extruders und deren Förderung,
- b) Zudosieren einer vorhomogenisierten, flüssigen und wasserfreien Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung, deren Vermischung mit der Stärke bei gleichzeitiger Förderung der Stärke-Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung,
- c) Aufschließen der Stärkekörner ohne Beimischung von Fremdwasser und vollständige Plastifizierung der genannten Mischung zu einer homogenen, thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze und deren Förderung,
- d) Entgasen der Schmelze und deren weitere Förderung,
- e) Auspressen der Schmelze durch eine Düse,

wobei in den Schritten b) bis e) die genannte Mischung bzw. Schmelze hinreichend erhöhten Temperaturen, und in Schritt d) einem verminderten Druck, und Schritt e) einem erhöhten Druck ausgesetzt wird.

2. Verfahren zur Herstellung einer homogenen, thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze aus chemisch modifizierter Stärke, Weichmacher und oder weiteren Additiven bei hinreichend erhöhten Temperaturen und Drücken, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren folgende Schritte umfaßt:

- a) Separates Eindosieren einer chemisch modifizierten Stärke und eines Weichmachers in den Einzugsbereich eines Extruders, deren Vermischung und Förderung,
- b) Zudosieren einer vorhomogenisierten, flüssigen und wasserfreien Emulgator-Additiv-Mischung, deren Vermischung mit der Stärke-Weichmacher-Mischung bei gleichzeitiger Förderung der Stärke-Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung,
- c) Aufschließen der Stärkekörner ohne Beimischung von Fremdwasser und vollständige Plastifizierung der genannten Mischung zu einer homogenen, thermoplastisch verarbeitbaren Schmelze und deren Förderung,
- d) Entgasen der Schmelze und deren weitere Förderung,
- e) Auspressen der Schmelze durch eine Düse,

wobei in den Schritten b) bis e) die genannte Mischung bzw. Schmelze hinreichend erhöhten Temperaturen, im Schritt d) einem verminderten Druck und in Schritt e) einem erhöhten Druck ausgesetzt wird.

3. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß in den Schritten b) bis e) die genannte Mischung bzw. Schmelze erhöhten Temperaturen von 100°C bis 170°C, insbesondere von 120°C

- bis 150°C, in Schritt d) einem verminderten Druck von $-2,5 \times 10^4$ Pa bis -6×10^4 Pa, insbesondere von -4×10^4 Pa, und in Schritt e) einem erhöhten Druck von 2×10^6 Pa bis 1×10^7 Pa, insbesondere 3×10^6 Pa bis 6×10^6 Pa, ausgesetzt wird.
4. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß in Schritt a) der Weichmacher in fester Form und in Schritt b) der Weichmacher in flüssiger Form eindosiert wird. 5
5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eine chemisch modifizierte Stärke mit einem natürlichen Wassergehalt von 5 bis 16 Gew.-%, insbesondere von 8 bis 12 Gew.-%, eingesetzt wird.
6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß eine chemisch modifizierte Stärke mit einem Amylosegehalt von 20 bis 100 Gew.-%, insbesondere von 50 bis 100 Gew.-%, und insbesondere von 65 bis 100 Gew.-%, eingesetzt wird. 10
7. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß eine durch Umsetzung ihrer OH-Gruppen mit Harnstoff und/oder Alkylenoxiden und oder anderen Ether-, Ester-, Urethan-, Carbonat- oder Isocyanat-bildenden Stoffen hergestellte chemisch modifizierte Stärke oder deren Mischungen eingesetzt wird bzw. werden. 15
8. Verfahren gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß als chemisch modifizierte Stärke eine Hydroxylalkyl-, Acetyl-, Carbonatstärke oder deren Mischung(en) eingesetzt wird bzw. werden.
9. Verfahren gemäß den Ansprüchen 7 und 8, dadurch gekennzeichnet, daß als chemisch modifizierte Stärke eine Stärke mit einem Substitutionsgrad von 0,05 bis 3,0, insbesondere von 0,05 bis 0,1 eingesetzt wird.
10. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die flüssige Weichmacher-Emulgator-Additiv-Mischung bei 60°C vorhomogenisiert wird. 20
11. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4 oder 10, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Weichmacher mit einem Schmelzpunkt kleiner als 90°C eingesetzt wird.
12. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Weichmacher mit einem Schmelzpunkt von größer als 90°C eingesetzt wird. 25
13. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4 und 10 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß als Weichmacher eine organische Verbindung mit mindestens einer Hydroxylgruppe, insbesondere Polyol und insbesondere Sorbitol, Mannitol, D-Glykose, Glycerol, Ethylenglykol, Polyethylenglykol, Propylenglykol oder Mischungen davon eingesetzt wird bzw. werden.
14. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4 und 10 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Weichmacher in Mengen von 4,8 bis 39,8 Gew.-Teilen, insbesondere von 9,8 bis 39,8 Gew.-Teilen, insbesondere von 25 bis 30 Gew.-Teilen, jeweils bezogen auf 100 Gew.-Teile fertige Schmelze, eingesetzt wird. 30
15. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4 und 10 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß als Additiv(e) Harnstoff in Mengen von 0,1 bis 5 Gew.-Teilen, insbesondere in Mengen von 0,1 bis 2 Gew.-Teilen und insbesondere in Mengen von 2 Gew.-Teilen, bezogen auf 100 Gew.-Teile fertige Schmelze, eingesetzt wird (werden). 35
16. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4 und 10 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Emulgator mit einem HLB-Wert von 0 bis 20, insbesondere von 10 bis 20, eingesetzt wird.
17. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, 7 oder 10 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgator ein Metallstearat, Glycerolmonostearat, Polyoxyethylen(20)-Sorbitanmonolaurat, Polyoxyethylen(20)-Sorbitanmonopalmitat, Polyoxyethylen(40)-Stearat, Polyoxyethylen(100)-Stearat oder deren Mischung(en) eingesetzt wird (werden). 40
18. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, 7 oder 10 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Emulgator in Mengen von 0,1 bis 2 Gew.-Teilen, insbesondere von 0,1 bis 1 Gew.-Teilen und insbesondere von 0,2 Gew.-Teilen, jeweils bezogen auf 100 Gew.-Teile fertige Schmelze, eingesetzt wird. 45
19. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß man die erhaltene homogene, niedrigviskose Stärkeschmelze zu lagerstabilem Granulat weiterverarbeitet und oder thermoplastisch geformte Teile daraus herstellt.
20. Verfahren gemäß Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß die thermoplastisch geformten Teile durch Spritzgießen, Blasformen, Extrusion, Koextrusion oder Spritzprägen hergestellt werden. 50
21. Verfahren gemäß Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß man das lagerstabile Granulat zu Filmen und Folien, Hohlkörpern oder Laminaten weiterverarbeitet.
22. Vorrichtung zum Durchführen des Verfahrens gemäß einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß sie aus einem Extruder (20) mit mehreren Heizzonen besteht, dessen Schnecke für die Verfahrensschritte a) und b) aus Förderelementen, für den Verfahrensschritt c) aus Knet- und Rückstaelementen und für die Verfahrensschritte d) und e) aus Förderelementen besteht. 55
23. Vorrichtung gemäß Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß der Extruder für den Verfahrensschritt a) zwei separate Dosierungsvorrichtungen für Feststoffe, für den Verfahrensschritt b) eine Flüssigkeitsdosierungsvorrichtung, für den Verfahrensschritt d) einen Entgasungsstutzen und für den Verfahrensschritt e) eine Düse besitzt. 60
24. Vorrichtung gemäß den Ansprüchen 22 und 23, dadurch gekennzeichnet, daß der Extruder ein Doppelwellenextruder ist.
25. Vorrichtung gemäß den Ansprüchen 22 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß der Doppelwellenextruder gleichläufige, dichtkämmende Schnecken besitzt.
26. Vorrichtung gemäß den Ansprüchen 22 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß durch Rückstaelemente eine geschlossene, insbesondere zweistufige Knetkammer gebildet wird. 65
27. Vorrichtung gemäß den Ansprüchen 22 bis 26, dadurch gekennzeichnet, daß die geschlossene Knetkammer Knetelemente in Rechts- und Linksausführung besitzt.

28. Vorrichtung gemäß den Ansprüchen 22 bis 27, dadurch gekennzeichnet, daß die Schnecke vor dem Verfahrensschritt d) weitere Knetelemente zur Einarbeitung von weiteren Additiven besitzt.

29. Homogene, niedrigviskose, thermoplastisch verarbeitbare Stärkeschmelze, erhältlich nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 18.

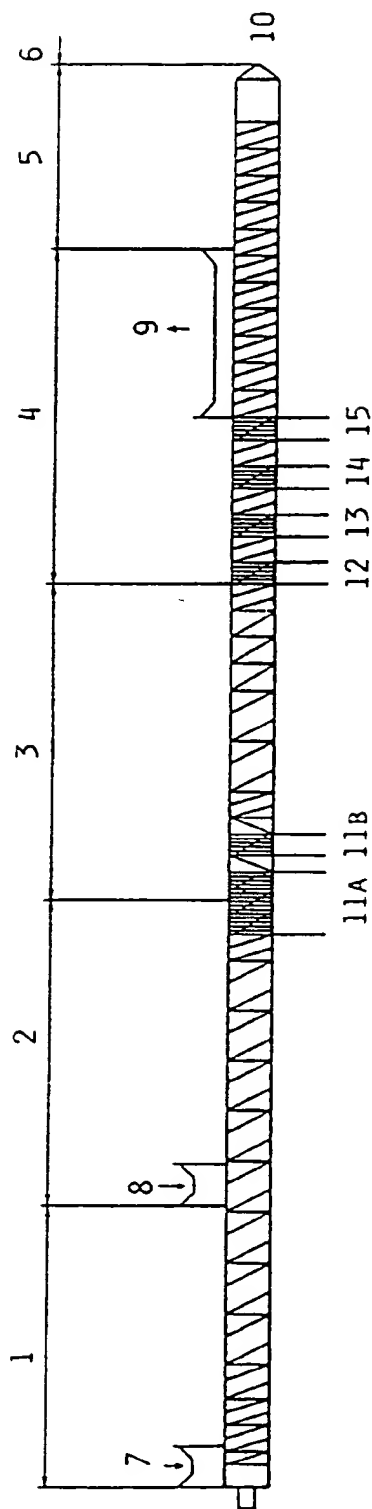
30. Stärkeschmelze gemäß Anspruch 29, dadurch gekennzeichnet, daß sie aus 90 bis 87,2 Gew.-Teilen einer Hydroxyalkylstärke, 9,8 bis 39,8 Gew.-Teilen mindestens eines Weichmachers, 0,1 — 1 Gew.-Teil mindestens eines Emulgators und 0,1 bis 2 Gew.-Teilen Harnstoff bezogen auf die fertige Schmelze, besteht.

31. Thermoplastisch verarbeitbare Stärkeschmelze gemäß Anspruch 29, dadurch gekennzeichnet, daß sie aus 70 Gew.-Teilen einer Hydroxyalkylstärke, 27,8 Gew.-Teilen mindestens eines Weichmachers, 0,2 Gew.-Teilen mindestens eines Emulgators und 2,0 Gew.-Teilen Harnstoff, bezogen auf die fertige Schmelze, besteht.

32. Stärkeschmelze gemäß Anspruch 29, dadurch gekennzeichnet, daß aus 80 Gew.-Teilen einer Hydroxyalkylstärke, 18,8 Gew.-Teilen mindestens eines Weichmachers, 0,2 Gew.-Teilen mindestens eines Emulgators und 1 Gew.-Teil Harnstoff, bezogen auf die fertige Schmelze, besteht.

33. Homogene, niedrigviskose, thermoplastisch verarbeitbare Stärkeschmelze gemäß den Ansprüchen 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Schmelzviskosität von 500 bis 30 000 Pa·s, insbesondere 1000 bis 20 000 Pa·s und insbesondere 2000 bis 10 000 Pa·s, gemessen bei 160°C und 236,4 N in einem Göttfert-Schmelzflußviskosimeter, aufweist.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen



(20)

Fig. 1

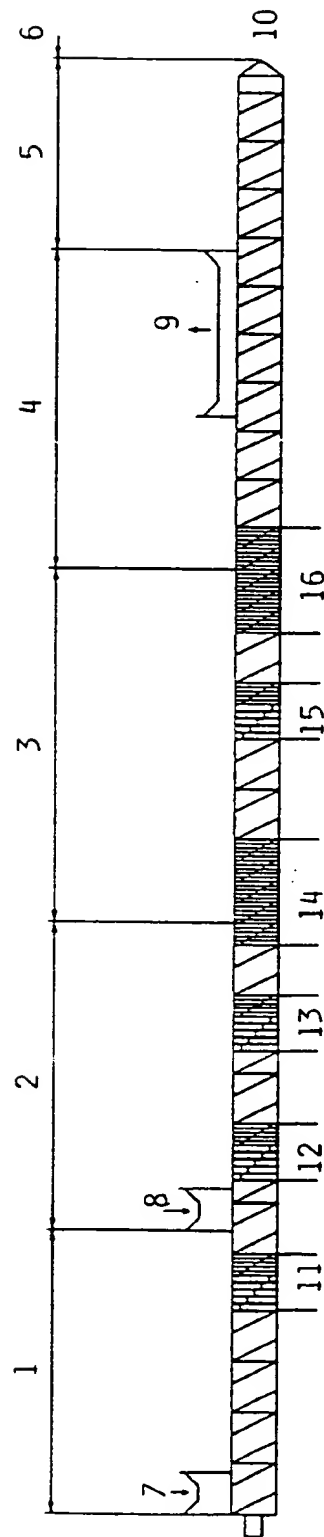


Fig. 2